

特開平11-121165

(43)公開日 平成11年(1999)4月30日

(51)Int.Cl.⁵H 0 5 B 33/04
33/14

識別記号

F I

H 0 5 B 33/04
33/14

A

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平9-285004

(22)出願日 平成9年(1997)10月17日

(71)出願人 000002071

チッソ株式会社

大阪府大阪市北区中之島3丁目6番32号

(72)発明者 泉澤 勇昇

神奈川県横浜市金沢区乙船町10番2号

(72)発明者 古川 顯治

神奈川県横浜須賀市久里浜一丁目16番7-308号

(72)発明者 小池 俊弘

神奈川県横浜市金沢区乙船町10番3号

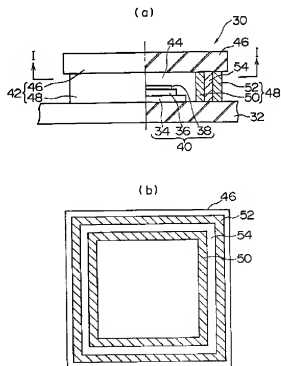
(74)代理人 弁理士 稲垣 清 (外2名)

(54)【発明の名称】 有機EL素子

(57)【要約】

【課題】 長期間にわたり鮮明な画像を表示できる有機EL素子を提供する。

【解決手段】 本有機EL素子30は、ガラス基板32と、ガラス基板上に、順次、形成された透明電極34、有機EL層36及び陰極電極38からなる積層構造40と、ガラス基板上の積層構造を外気から遮断する蓋体42とを備え、ガラス基板と蓋体からなる空間44に不活性ガスが封入されている。蓋体は、積層構造上に設けられたガラス板46と、積層構造を離隔して包囲しつつガラス基板からガラス板まで延在する周囲壁48とにより形成される。周囲壁が、それぞれ、ガラス基板とガラス板とを連結させる接着剤層からなる、内壁50、及び、内壁から離隔して内壁の外側に配置された外壁52と、内壁と外壁との間に装入された吸着剤層54とにより形成されている。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 基板と、基板上に、順次、形成された透明電極、有機エレクトロルミネッセンス層及び透明電極の対向電極を少なくともも有する積層構造と、積層構造を外気から遮断するように基板上に設けられた蓋体とを備え、基板と蓋体とにより区画された空間に不活性ガスを封入してなる有機エレクトロルミネッセンス素子（以下、有機EL素子と言う）において、

蓋体が、基板に対向して積層構造の上方に設けられた板状体と、積層構造から隔離した配置で基板から板状体まで筒状に延在して積層構造を囲む周囲壁とにより構成され、

周囲壁は、それぞれ、接着剤により形成されて基板と板状体とを連結する、内壁及び内壁から隔離して内壁の外側に配置された外壁と、内壁と外壁との間に装入された吸着剤層とにより形成されていることを特徴とする有機EL素子。

【請求項2】 周囲壁が、内壁と外壁との間に、更に、内壁と外壁の双方から隔離した配置で設けられた中間壁、又は内壁と外壁から隔離し、かつ相互に隔離した配置で設けられた多重の中間壁を有し、壁間には吸着剤層を有することを特徴とする請求項1に記載の有機EL素子。

【請求項3】 基板と、基板上に、順次、形成された透明電極、有機エレクトロルミネッセンス層及び透明電極の対向電極を少なくともも有する積層構造と、積層構造を外気から遮断するように基板上に設けられた蓋体とを備え、基板と蓋体とにより区画された空間に不活性ガスを封入してなる有機エレクトロルミネッセンス素子（以下、有機EL素子と言う）において、蓋体の内面の少なくとも一部に吸着膜が設けであることを特徴とする有機EL素子。

【請求項4】 蓋体が、基板に対向して積層構造の上方に設けられた板状体と、積層構造から隔離した配置で基板から板状体まで筒状に延在して積層構造を囲む周囲壁とにより構成され、吸着膜が板状体に設けられていることを特徴とする請求項3に記載の有機EL素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、有機EL素子に関し、更に詳細には、長期間にわたり高い信頼性で発光動作する有機EL素子に関するものである。

【0002】

【従来の技術】ディスプレイ等の画像表示装置の薄型化を図る手段の一つとして、有機エレクトロルミネッセンス素子（以下、簡単に有機EL素子と言う）が注目されている。有機EL素子は、有機エレクトロルミネッセンス層（以下、簡単に有機EL層と言う）と、有機EL層をその両面から挟持する一対の電極とを有し、電極から

画像信号として電圧や電流を有機EL層に加えることにより有機EL層内で高輝度発光を行わせる発光素子であって、10V以下の作動電圧で10000cd/m²以上の高輝度発光も可能であると言われている。

【0003】ここで、図3を参照して、従来の有機EL素子の構造を説明する。図3は、従来の有機EL素子の部分断面側面図である。従来の有機EL素子10は、図3に示すように、透明なガラス基板12上に、インジウム錫酸化物（以下、ITOと略記する）等の透明電極14、正孔輸送層16、有機EL層18及び陰極電極20を、順次、積層した積層構造を備えている。また、積層構造を外気から遮断するために、積層構造を包囲する気密ケース22がガラス基板12上に密着固定されている。有機EL素子では、透明電極14と陰極電極20とからなる一対の電極からそれぞれ注入された正孔と電子とが有機EL層18内で再結合して発光し、発光した光が透明電極14及びガラス基板12を透過して外部に放出される。

【0004】ところで、有機EL素子は、低電圧で高輝度発光させることのできる、発光効率の高い発光素子であると評価されているものの、外部から侵入する湿気や熱等により特性の劣化が進み、寿命が短いという問題があった。特性の劣化は、アモルファス形態の有機EL層が湿気により結晶化することによって起こると考えられている。そこで、従来の有機EL素子では、ガラス基板12と気密ケース22とにより区画される空間24に不活性ガスを封入し、外部からの湿気や熱等の侵入を防止している。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかし、従来の有機EL素子では、短時間の使用であっても、発光面にダークスポットが発生、成長し、そのために、発光面全面にわたり鮮明な画像を表示することが難しく、有機EL素子の実用化上で問題となっていた。そこで、本発明の目的は、長期間にわたり鮮明な画像を表示できる有機EL素子を提供することである。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者は、発光面にダークスポットが発生する原因は、有機EL素子の発光機構が外部から侵入した湿気により局部的に又は全体的に劣化することにあると考え、更に、外部から湿気の侵入を完全に防止する対策を講ずるよりは寧ろ侵入した湿気を捕捉して発光機構に影響を与えないようにすることが実際的であると考え、本発明を完成するに至った。

【0007】上記目的を達成するために、上述の知見に基づいて、本発明に係る有機EL素子（以下、第1の発明と言う）は、基板と、基板上に、順次、形成された透明電極、有機エレクトロルミネッセンス層及び透明電極の対向電極を少なくともも有する積層構造と、積層構造を外気から遮断するように基板上に設けられた蓋体とを備

え、基板と蓋体とにより区画された空間に不活性ガスを封入してなる有機エレクトロルミネッセンス素子（以下、有機ＥＬ素子と言う）において、蓋体が、基板に対して積層構造の上方に設けられた板状体と、積層構造から分離した配置で基板から板状体まで筒状に延在して積層構造を囲む周囲壁とにより構成され、周囲壁は、それぞれ、接着剤により形成されて基板と板状体とを連結する、内壁及び内壁から分離して内壁の外側に配置された外壁と、内壁と外壁との間に装入された吸着剤層とにより形成されていることを特徴としている。

【０００８】第１の発明及び次の第２の発明の積層構造は、基板上に、順次、形成された透明電極、有機エレクトロルミネッセンス層及び透明電極の対向電極を少なくとも有するものである限り制約はなく、例えば透明電極と有機エレクトロルミネッセンス層との間に正孔輸送層を備えていても良い。基板の材質は、特に制限はなく、従来から有機ＥＬ素子の基板として使用されているもの、例えばガラス板、透明プラスチック板、石英板等を用いることができる。また、基板と蓋体とにより区画された空間は、真空空間であっても、不活性ガスが封入された空間であっても良い。板状体は、蓋体の天井壁として使用できる板状の部材である限り、材質に制約はなく、例えばガラス板、プラスチック板、石英板でも良く、また、金属板、セラミック板でも良い。周囲壁は、基板と上方の板状体とを一体的かつ機械的に連結できる強度を有する限り、周囲壁を形成する接着剤の種類、組成には制約はない。好適には、接着剤として、例えば昭和化学工業（株）から商品名アラルダイト AW106（登録商標）として販売されている接着剤を使用する。また、周囲壁が、周囲壁が、内壁と外壁との間に、更に、内壁と外壁の双方から分離した配置で設けられた中間壁、又は内壁と外壁から分離し、かつ相互に分離した配置で設けられた多重の中間壁を有し、壁間には吸着剤層を有するようにして良い。吸着剤層として装入する吸着剤は、外壁から侵入した水分を吸着、捕捉することができると、その種類、材料、形状には制約はない。例えば、シリカゲル、ゼオライト、アルミナ等の金属酸化物、デンプン／アクリロニトリルグラフト重合体の過水化物等の高分子吸水剤でも良い。また、吸着剤は、内壁と外壁との間の空間を充満するように充填されているとも良く、また空間の一部のみに充填されているとも良い。

【０００９】本発明に係る有機ＥＬ素子（以下、第２の発明と言う）は、基板と、基板上に、順次、形成された透明電極、有機エレクトロルミネッセンス層及び透明電極の対向電極を少なくとも有する積層構造と、積層構造を外気から遮断するように基板上に設けられた蓋体とを備え、基板と蓋体とにより区画された空間に不活性ガスを封入してなる有機エレクトロルミネッセンス素子（以下、有機ＥＬ素子と言う）において、蓋体の内面の少なくとも一部に吸着膜が設けられていることを特徴としてい

る。本発明の好適な実施態様では、蓋体が、基板に対して積層構造の上方に設けられた板状体と、積層構造から分離した配置で基板から板状体まで筒状に延在して積層構造を囲む周囲壁とにより構成され、吸着膜が板状体に設けられている。吸着膜は、板状体の内面のほぼ全面に設けても良く、また内面の一部にのみ設けても良く、周囲壁に接触していても、更に周囲壁の外側まで含み出していても差し支えない。

【００１０】吸着膜は、蓋体と基板とにより区画される空間に侵入した水分を吸着、捕捉することによって限り、その種類、材料、形状には制約はない。例えば、吸着膜は、シリカゲル、ゼオライト、アルミナ等の金属酸化物、デンプン／アクリロニトリルグラフト重合体の過水化物等の高分子吸水剤を吸着剤として使った膜状の吸着体である。吸着膜の平面形状、面積及び膜厚は、制約はなく、水分吸着量を設定することにより決定できる。

【００１１】

【発明の実施の形態】以下に、添付図面を参照し、実施形態例を挙げて本発明の実施の形態を具体的に詳細に説明する。

実施形態例１

本実施形態例は、第１の発明の有機ＥＬ素子の実施の形態を示す例であって、図１（ａ）は本実施形態例の有機ＥＬ素子の部分断面側面図、図１（ｂ）は図１（ａ）の矢視１－１での平面図である。本実施形態例の有機ＥＬ素子３０は、図１（ａ）に示すように、ガラス基板３２と、ガラス基板３２上に、順次、形成された、１ＴＯ等の透明電極（陽極）３４、有機エレクトロルミネッセンス層（以下、有機ＥＬ層と言う）３６、及び電極３４の対向電極としての陰極３８とからなる積層構造４０と、ガラス基板３２上の積層構造４０を外気から遮断する蓋体４２とを備えている。尚、陽極３４及び陰極３８へのリード線、及びその他の付属品は、簡単のために、省略している。また、ガラス基板３２と蓋体４２とにより区画された空間４４には、不活性ガス、例えば窒素ガスが封入されている。

【００１２】蓋体４２は、ガラス基板３２に対して積層構造４０の上方に設けられた、厚さ０．７mm程度のガラス板４６と、積層構造４０から分離した配置でガラス基板３２からガラス板４６まで筒状に延在して積層構造４０を囲む周囲壁４８とにより構成されている。周囲壁４８は、図１に示すように、積層構造４０に近い位置に設けられた内壁５０と、内壁５０から０．１～１．０mm分離して内壁５０の外側に配置された外壁５２と、内壁５０と外壁５２との間に装入された吸着剤層５４とにより形成されている。内壁５０及び外壁５２は、それぞれ、０．１～１．０mmの壁厚を有する接着剤層として形成されており、これにより、ガラス基板３２とガラス板４６とを一体的に強固に連結している。内壁５０及び外壁５２を形成する接着剤には、例えば昭和化学工業

(株) から商品名アラルダイト AW106 (登録商標) として販売されている接着剤を使用する。また、周囲壁 48 の高さ、即ちガラス基板 32 とガラス板 46 との間隔は、積層構造 40 の高さ (通常、 $0.1\mu\text{m}$ 程度) より高い、例えば $0.2\sim 1.0\mu\text{m}$ である。吸着剤層 54 は、内壁 50 と外壁 52 との間の全空間をシリカゲル等の吸着剤で充填状態に充填したものであって良く、また空間の一部に吸着剤を充填したものであっても良い。

【0013】以下に、図 1 を参照して、本実施形態例の有機 E L 素子 30 の形成方法を説明する。まず、従来の方法と同様にガラス基板 32 上に積層構造 40 を形成し、続いて必要な配線を形成する。次いで、印刷法により、又はディスペンサ等による直接塗布法により内壁 50 及び外壁 52 を形成する接着剤層 50、52 を、図 1 (b) に示すように、ガラス板 46 上に成膜する。続いて、吸着剤を溶媒に溶解又は懸濁させた溶液又は懸濁液の塗膜を塗布法又は印刷法により接着剤層 50、52 の間に成膜し、溶媒を蒸発させて吸着剤層 54 を形成する。吸着剤を溶解又は懸濁した溶液又は懸濁液には、結着剤を添加して、吸着剤がガラス板 46 上に付着し易いようにしても良い。また、金属酸化物を吸着剤として使用するときには、別法として抵抗加熱法、スパッタ法等を使つた蒸着プロセスにより金属酸化物をガラス板 46 上の接着剤層 50、52 の間に蒸着させて吸着剤層 54 を形成することもできる。次いで、空間 44 に封入する不活性ガス雰囲気内で、ガラス板 46 をガラス基板 32 に重ねて接着剤層 50、52 により相互に接することにより、本実施形態例の有機 E L 素子 30 を得ることができる。なお、本実施形態例では、ガラス板 46 上に接着剤層 50、52 及び吸着剤層 54 を形成しているが、これに代えてガラス基板 32 にこれら接着剤層 50、52 及び吸着剤層 54 を形成しても良い。

【0014】有機 E L 素子 30 の長期間の動作信頼性を評価するために、有機 E L 素子 30 を試作して動作させたところ、動作期間が 3 か月を超過して時点でも、発光強度の半減期には到達しなかった。一方、従来の有機 E L 素子の発光強度の半減期は 3 日であった。これにより、本実施形態例の有機 E L 素子は、従来の有機 E L 素子に比べて遙に長い期間にわたり高い信頼性で動作することが確認できた。

【0015】実施形態例 2

本実施形態例は、第 2 の発明の有機 E L 素子の実施の形態を示す例であって、図 2 (a) は本実施形態例の有機 E L 素子の部分断面側面図、図 2 (b) は図 2 (a) の矢視 II-II の平面図である。図 1 に示すものと同じものには同じ符号を付して説明を省略している。本実施形態例の有機 E L 素子 60 は、図 2 (a) に示すように、ガラス基板 32 と、ガラス基板 32 上に、順次、形成された、陽極 34、有機 E L 層 36、及び陰極 38 からな

る積層構造 40 と、ガラス基板 32 上の積層構造 40 を外気から遮断する蓋体 42 とを備えている。ガラス基板 32 と蓋体 42 により区画された空間 44 には、不活性ガスが封入されている。尚、陽極 34 及び陰極 38 へのリード線及びその他の付属品は、簡単のために、省略している。

【0016】蓋体 42 は、ガラス基板 32 に対向して積層構造 40 の上方に設けられた、厚さ 0.7mm 程度のガラス板 46 と、積層構造 40 から隔離した配置でガラス基板 32 からガラス板 46 まで筒状に延在して積層構造 40 を囲む周囲壁 62 とにより構成されている。周囲壁 62 は、 $0.1\sim 1.0\text{mm}$ の壁厚を有する接着剤層として形成されて、これにより、ガラス基板 32 とガラス板 46 とを一体的に強固に連結している。周囲壁 62 の高さ、即ちガラス基板 32 とガラス板 46 との間隔は、積層構造 40 の高さ (通常、 $0.1\mu\text{m}$ 程度) より高い、例えば $0.2\sim 1.0\mu\text{m}$ である。ガラス板 46 には、図 2 (a) 及び (b) に示すように、シリカゲル等の金属酸化物からなる厚さ $0.1\mu\text{m}$ の四角形の吸着膜 64 が周囲壁 62 の内側に設けられている。周囲壁 62 の周囲長さを 4cm とするとき、四角形の吸着膜 64 の面積は、 100cm^2 程度である。

【0017】以下に、図 2 を参照して、本実施形態例の有機 E L 素子 60 の形成方法を説明する。まず、従来の方法と同様にガラス基板 32 上に積層構造 40 を形成し、続いて必要な配線を形成する。次いで、印刷法により、又はディスペンサ等による直接塗布法により周囲壁 62 を形成する接着剤層 62 を、図 2 (b) に示すように、ガラス板 46 上に成膜する。続いて、吸着剤を溶媒に溶解又は懸濁させた溶液又は懸濁液の塗膜を塗布法又は印刷法により、図 2 (b) に示すように、ガラス板 46 上に成膜し、溶媒を蒸発させて吸着膜 64 を形成する。吸着剤を溶解又は懸濁した溶液又は懸濁液には、結着剤を添加して、吸着剤がガラス板 46 上に付着し易いようにしても良い。また、金属酸化物を吸着剤として使用するときには、別法として、蒸着プロセスにより金属酸化物をガラス板 46 上に蒸着させて吸着膜 64 を形成することもできる。次いで、空間 44 に封入する不活性ガス雰囲気内で、ガラス板 46 をガラス基板 32 に重ねて接着剤層 62 により相互に接することにより、本実施形態例の有機 E L 素子 60 を得ることができる。

【0018】有機 E L 素子 60 の長期間の動作信頼性を評価するために、有機 E L 素子 60 を試作して動作させたところ、実施形態例 1 の有機 E L 素子 30 と同様に、動作期間が 3 か月を超過して時点でも、発光強度の半減期には到達しなかった。これにより、本実施形態例の有機 E L 素子は、従来の有機 E L 素子に比べて遙に長い期間にわたり高い信頼性で動作することが確認できた。

【0019】

【発明の効果】第 1 の発明の構成によれば、基板上的積

層構造からなる発光機構を外気から遮断する蓋体の周囲壁を内壁及び外壁の2重壁構造とし、壁間に吸着剤層を設けて、外壁から侵入した水分を吸着剤層により吸着、捕捉することにより、内壁内の発光機構に対する外部の湿気の影響を遮断し、発光機構の劣化を防止している。

第2の発明の構成によれば、基板上の積層構造からなる発光機構を外気から遮断する蓋体の内側に吸着膜を設けて、蓋体と基板とにより区画する空間内に外部から侵入した水分を吸着膜により吸着、捕捉することにより、空間内の発光機構に対する外部の湿気の影響を抑制し、発光機構の劣化を防止している。これにより、第1及び第2の発明は、長期間にわたり鮮明な画像を表示できる有機EL素子を実現している。

【図面の簡単な説明】

【図1】 図1 (a) は実施形態例1の有機EL素子の部分断面側面図、図1 (b) は図1 (a) の矢視I-Iでの平面図である。

【図2】 図2 (a) は実施形態例2の有機EL素子の部分断面側面図、図2 (b) は図2 (a) の矢視II-IIでの平面図である。

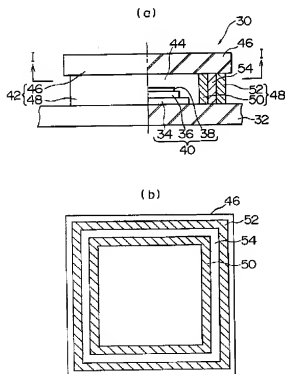
【図3】 従来の有機EL素子の部分断面側面図である。

【符号の説明】

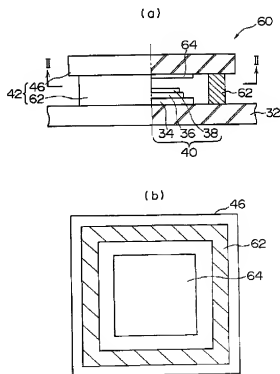
1 0 従来の有機EL素子

- 1 2 ガラス基板
- 1 4 透明電極
- 1 6 正孔輸送層
- 1 8 有機EL層
- 2 0 陰極電極
- 2 2 気密ケース
- 2 4 ガラス基板と気密ケースとにより区画される空間
- 3 0 実施形態例1の有機EL素子
- 3 2 ガラス基板
- 3 4 透明電極
- 3 6 有機EL層
- 3 8 陰極
- 4 0 積層構造
- 4 2 蓋体
- 4 4 ガラス基板と蓋体とにより区画された空間
- 4 6 ガラス板
- 4 8 周囲壁
- 5 0 内壁
- 5 2 外壁
- 5 4 吸着剤層
- 6 0 実施形態例2の有機EL素子
- 6 2 周囲壁
- 6 4 吸着膜

【図1】



【図2】



【図3】

